

福建省首届大学生化学实验邀请赛有机化学实验解析

吴韶华* 游 毅 魏巧华 汤 傲 袁耀锋*

(福州大学化学学院, 福州 350116)

摘要: 介绍了福建省首届大学生化学实验邀请赛有机化学实验的命题思路、试题及评分规则, 并对实验成绩及实验中存在的问题进行了总结分析。

关键词: 福建省; 化学实验邀请赛; 有机化学实验

中图分类号: G64; O653

The Analysis of Organic Experiment for the 1st Chemistry Experiment Tournament of Fujian Undergraduates

WU Shao-Hua* YOU Yi WEI Qiao-Hua TANG Jing YUAN Yao-Feng*

(College of Chemistry, Fuzhou University, Fuzhou 350116, P. R. China)

Abstract: The experimental test and design ideals of organic experiment for the 1st chemistry experiment tournament of Fujian undergraduates were introduced. The evaluation standards of the contest, the summary of the results, and the problems found in the competition were also illustrated.

Key Words: Fujian Province; Chemistry experiment tournament; Organic experiment

福建省教育厅批准的“第一届福建省大学生化学实验邀请赛”是一项省级学科技能竞赛, 具体由福建省大学生化学实验邀请赛组委会和福建省化学学会共同主办, 福州大学承办。举办该赛事的主要目的在于了解福建省各高校化学实验教学的情况, 激发和培养大学生对化学实验的兴趣, 同时加强福建省各高校化学实验教学同行的学习和交流, 并积极探索更有效培养和提高大学生化学实验基础理论和基本技能的思路和方法。“第一届福建省大学生化学实验邀请赛”以福州大学化学学院的国家级实验教学示范中心为平台, 于2016年4月27日至30日成功举行。福建省内16所高校以及台湾淡江大学共计54名三年级本科生参加了此赛事。该赛事包括实验基础理论笔试和实验操作考试。所有参赛选手参加的理论考试试题相同, 涵盖了无机及分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验相关的理论知识。但操作考试分为无机及分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验三个科目, 每个参赛选手通过抽签确定其中一个作为操作考试的科目。本文就有机实验操作考试进行分析和总结。

1 命题思路

有机化学实验命题希望能够比较全面地考查参赛选手对有机化学实验基本原理以及基本操作技能

*通讯作者, Email: wsh@fzu.edu.cn; yaofeng_yuan@fzu.edu.cn

基金资助: 福建省高校创新创业教育改革专业项目; 福建省中青年教师教育科研项目; 福州大学高等教育教学改革工程项目; 福州大学本科化学专业核心课程立项项目; 福州大学教材立项项目

如蒸馏、回馏、重结晶、萃取洗涤、抽滤等的掌握情况,同时考查分析问题解决问题的能力。考虑普通院校的实际情况,实验不能太难,只要有机实验有开出蒸馏、回流、气体吸收装置、液体有机物的干燥、萃取洗涤、重结晶及抽滤基本操作实验(一般40学时以上)院校的学生都可基本完成。同时为了让参赛选手间存在区分度,试题中有些条件必须让学生自己思考确定,不能太明确。根据这样的命题思路命题组确定“二溴化六甲基丙二铵的制备”作为试题。这一试题既可以较全面地考查参赛选手的基本实验操作技能,同时试题中设置了一些考点,还能够很好地考查参赛选手对实验原理的掌握程度以及分析问题解决问题的能力。例如,在第一步1,3-二溴丙烷合成中,没有说明反应完成后怎么判断初产物已经蒸出完全;随后在对蒸出的初产物进行萃取洗涤过程中,没有说明产物有机层是在分液漏斗的上层还是下层;对洗涤分液后的初产物用氯化钙干燥时没有说明干燥剂的用量和干燥时间等。另外,还在试卷中设置一些问答题,更进一步考查学生是否掌握具体分离纯化操作的目的和原理。例如,在萃取分液中用浓硫酸洗涤洗去什么以及原理是什么;最后用乙酸乙酯为什么可以使产物析出等等。

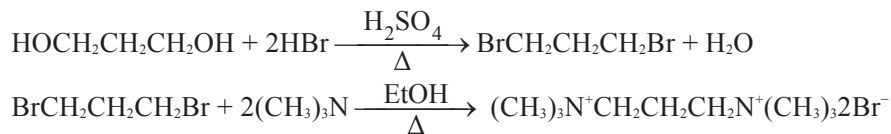
2 实验试题:二溴化六甲基丙二铵的制备

2.1 实验内容简介

(1) 以1,3-丙二醇和40%氢溴酸溶液为原料在硫酸催化加热条件下发生亲核取代反应生成1,3-二溴丙烷。

(2) 以1,3-二溴丙烷和三甲胺为原料在乙醇为溶剂加热下发生亲核取代反应合成季铵盐二溴化六甲基丙二铵。

反应方程式如下:



2.2 实验步骤

2.2.1 1,3-二溴丙烷的合成

在100 mL圆底烧瓶中加入30 mL(约0.20 mol)40%氢溴酸溶液,在冷水浴中磁力搅拌下慢慢加入5.5 mL浓硫酸,继而加入6.1 g 1,3-丙二醇(5.8 mL, 0.08 mol),最后慢慢加入8.7 mL浓硫酸,移去冷水浴,装上回流冷凝管,气体吸收装置,在磁力搅拌下,加热回流1.5 h。

停止加热,稍冷后拆去回流和气体吸收装置,加入30 mL水,改成蒸馏装置,将粗产物完全蒸出后,用分液漏斗分出有机层,有机层依次用等体积的浓硫酸、水、5% NaHCO₃溶液、水洗涤后,用无水CaCl₂干燥。将粗产物1,3-二溴丙烷通过玻璃漏斗过滤到25 mL茄形烧瓶中,装上蒸馏装置,加热,收集162–165 °C馏分,称量并计算产率。称重后的产品送检,用液相色谱进行纯度分析。

2.2.2 二溴化六甲基丙二铵的合成

在50 mL茄形烧瓶中加入上步合成的1,3-二溴丙烷4.04 g (0.02 mol)、16 mL(约0.066 mol)33%三甲胺乙醇溶液,装上回流冷凝管,在冷凝管上端口接一个气球,加热,保持微沸0.5 h;拆下气球,从冷凝管上端口再加入8 mL(约0.033 mol)33%三甲胺乙醇溶液,再接上气球,保持微沸0.5 h,拆下气球。

在保持回流下从冷凝管上端口慢慢加入乙酸乙酯至出现浑浊(约加乙酸乙酯15 mL),并有油状物析出。停止加热,稍冷后拆除回流装置,在冷水浴中进一步冷却(并不时振摇),油状物固化析出结晶,待完全冷却后抽滤,用10 mL乙酸乙酯洗涤,结晶转移到培养皿中,红外灯干燥,称量并计算产率。

3 评分细则

评分细则综合考虑实验操作和实验结果以及实验综合素质三个方面，共88分，还有12分是思考题。实验中涉及的具体操作有试剂取放5分、回流和蒸馏粗产物18分、萃取洗涤10分，液体有机物干燥4分，过滤干燥剂2分，沉淀冷却结晶1分，抽滤6分，洗涤3分，还有3分是评分细则中未列出的实际比赛中可能出现的其他错误，共计52分，主要考查参赛选手具体有机实验操作的规范性。实验结果包括二溴丙烷产率9分，二溴丙烷质量5分，季铵盐产率8分，共计22分。实验综合素质包括实验操作素养10分，实验现象记录4分，共计14分，主要考查参赛选手是否具备良好的实验习惯，如细心观察和记录现象，统筹安排时间等的的能力。以上各项具体评分细则见表1。12分的思考题，主要考查参赛选手灵活运用所学的基础理论和相关物质物理常数实现合成的初产物的分离纯化，做到学以致用。

表1 二溴化六甲基丙二铵的制备实验操作和实验结果评分细则(共88分)

操作	细则
1 试剂取放(5分)	1.药品撒落在桌面上；2.用手触摸试剂药品；3.取样过量时未倒入回收瓶；4.取样时，试剂瓶标签未朝手心；5.取样后，未及时盖上试剂瓶瓶盖(塞)；6.使用烧杯取用有机试剂；7.其他。 每错一项扣1分，扣完为止。
2 回流、蒸馏粗产物(18分)	1.搭装置时没有撤去热源；2.蒸馏瓶大小选择不当(蒸馏产物时需用25mL)，3.铁架台安置方向不当；4.十字夹方向装反；5.冷凝管夹和烧瓶夹混用；6.回流时使用直形冷凝管；7.蒸馏粗产物时没有使用直形冷凝管；8.蒸馏产物时没有使用空气冷凝管；9.蒸馏时直形冷凝管方向错误；10.进水方向错误或未通水；11.温度计安装位置不正确；12.仪器安装次序错误；13.仪器安装歪斜；14.仪器安装后接口不紧密；15.忘加沸石或中途停止实验未补加新沸石；16.酒精灯加热时未用石棉网；17.用敞口容器作接收瓶；18.未用干净及干燥(蒸馏粗产物时不作要求)的容器接收馏分；19.结束后拆卸仪器时没有移开热源；20.仪器拆卸次序错误；21.没有(或方法不对)检测粗产物是否蒸馏完；22.其他。 每错一项扣1分，扣完为止。
3 萃取、洗涤(10分)	1.分液漏斗的持握方式不当或2.振摇方式不当或3.振摇不充分；4.未放气或5.放气方式不当；6.发生漏液；分液时(7.手持分液漏斗分液或8.未预先放置接收瓶；9.分层不完全；10.漏斗下端未靠接收瓶瓶壁；11.未打开分液漏斗塞)；分层后(12.上层液体从下口放出；13.进行下面的操作时不知道有机相在哪层)；14.浓硫酸洗涤时的漏斗含有较多的水(放出大量热)；15.其他。 每错一项扣1分，扣完为止。
4 液体有机物干燥(4分)	1.使用烧杯等无法具塞的不合适容器；2.容器不干燥；3.干燥前粗产物有明显可见水层；4.干燥剂的加入量偏多(少)；5.没有振摇；6.放置时没有具塞；7.干燥时间不足0.5 h；8.其他。 错一项扣1分，扣完为止。
5 过滤干燥剂(2分)	1.没有使用玻璃漏斗；2.过滤的漏斗没有干燥；3.干燥剂漏下去；4.其他。 每错一项扣1分，扣完为止。
6 二溴丙烷产率(9分)	重量(g) 13 11.5 10 9 8 7 6 5 4 得分 9 8 7 6 5 4 3 2 1
7 二溴丙烷质量(5分)	1.不处于正常沸程(162–165 °C)收集的；2.产物浑浊；每出现一个错误扣1分。 纯度：>93% (3分)；85%–93% (2分)；75%–85% (1分)；<75% (0分) 以合成产品2为标样，纯度 = 色谱纯度% × 含量%
8 沉淀冷却结晶(1分)	1.没有冷至室温；2.其他。 每错一项扣1分，扣完为止。

未完待续

表1 二溴化六甲基丙二铵的制备实验操作和实验结果评分细则(共88分)(续)

操作	细则																		
9 抽滤(6分)	1. 滤纸过大或过小; 2. 漏斗末端方向不对; 3. 抽气前未用少许溶剂(乙酸乙酯, 或待过滤的溶液清液; 4. 不可用乙醇润湿滤纸; 5. 未先把滤纸抽紧即倒入待抽滤的溶液; 6. 未用母液而用新鲜溶剂润洗、转移固体; 7. 使用水泵方法不正确(中间过程需停止减压时, 没有拔去连接的橡皮管或没有打开安全瓶活塞通大气, 先关闭水泵); 8. 其他。 每错一项扣1分, 扣完为止。																		
10 洗涤(3分)	1. 没有用乙酸乙酯洗涤; 2. 使用水、乙醇或其他溶剂洗涤; 3. 边抽边洗(应该先解除真空, 再用少量新鲜溶剂润湿1分钟左右再抽气); 4. 用大量(>10 mL)新鲜溶剂洗涤; 5. 产品未抽干, 即停止抽滤; 6. 其他。 每错一项扣1分, 扣完为止。																		
11 季铵盐产率(8分)	<table><tr><td>重量(g)</td><td>5</td><td>4.5</td><td>4</td><td>3.5</td><td>3</td><td>2.5</td><td>2</td><td>1.5</td></tr><tr><td>得分</td><td>8</td><td>7</td><td>6</td><td>5</td><td>4</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td></tr></table>	重量(g)	5	4.5	4	3.5	3	2.5	2	1.5	得分	8	7	6	5	4	3	2	1
重量(g)	5	4.5	4	3.5	3	2.5	2	1.5											
得分	8	7	6	5	4	3	2	1											
12 实验操作素质(10分)	1. 超过规定实验结束时间(扣1分/5分钟, 但延长时间最多不超过30分钟); 2. 重取原料重做(扣5分); 3. 玻璃仪器破损(扣2分/件); 4. 取样大过量造成浪费; 5. 实验过程中台面不整洁、太乱及跑水; 6. 废液(浓酸及有机物)没有回收; 7. 其他意外情况处理不当。 每错一项扣1分, 扣完为止。																		
13 现象记录(4分)	1. 反应时间; 2. 蒸馏粗产物的结束判断; 3. 萃取洗涤; 4. 液体有机物干燥; 5. 沉淀或结晶析出; 6. 产品性状; 7. 产品重量; 8. 沸程; 9. 纯度; 10. 产品收率计算。 每错一项扣0.5分, 扣完为止。																		
14 其他(3分)	以上未列出的实际比赛中出现的其他错误。																		

4 实验操作考试暴露的问题

实验操作考试暴露的问题可以概括为两方面。第一, 实验操作不规范, 具体表现为: (1) 试剂取放方面, 药品撒落在桌面上, 取样过量时未倒入回收瓶, 取样后, 未及时盖上试剂瓶瓶盖, 使用烧杯取用有机试剂。(2) 回流和蒸馏。冷凝管夹和烧瓶夹混用, 蒸馏粗产物时没有使用直形冷凝管、蒸馏产物时没有使用空气冷凝管, 忘加沸石, 结束后拆卸仪器时没有移开热源, 没有检测粗产物是否蒸馏完, 仪器安装歪斜等。(3) 萃取洗涤, 分液漏斗的持握方式不当, 放气方式不当, 分层不完全、漏斗下端未靠接收瓶瓶壁、未打开分液漏斗塞等。(4) 液体有机物干燥。容器不干燥, 干燥前粗产物有明显可见水层, 干燥剂的加入量偏多, 放置时没有具塞。(5) 抽滤及洗涤, 漏斗末端方向不对, 抽气前未用少许溶剂润湿滤纸, 未先把滤纸抽紧即倒入待抽滤的溶液, 未用母液而是用大量新鲜溶剂洗涤和转移固体, 边抽边洗等。(6) 其他。如观察不够细致, 记录不够详细。第二, 理论基础不扎实, 以至于在实验中不会思考, 具体表现为: (1) 二溴丙烷沸点约162–165 °C, 大于140 °C, 因此蒸馏时必须使用空气冷凝管, 有些选手没有思考凭经验选用最常用的直形冷凝管;(2) 没有想到需要检验初产物是否已经蒸馏完毕;(3) 没有考虑到浓硫酸遇水会大量放热, 因此用浓硫酸洗涤时必须用干燥的分液漏斗;(4) 没有考虑到分液时必须打开分液漏斗上口的塞子, 让体系通大气才能够顺利分液;(5) 过滤干燥剂的漏斗本身没有干燥;(6) 思考题的回答欠思考。比如, 不知道浓硫酸洗涤的目的和原理; 不知道为什么加入乙酸乙酯会析出最终产物二溴化六甲基丙二铵。

5 成绩分析

本次邀请赛中共有16位选手参加有机实验操作考试。100的总分中包括操作考试88分和思考题12分。操作考试88分又分为实验操作52分, 实验结果22分和综合素质14分三个部分, 各部分得分分布情况如表2所示。由表2可见, 在总分为52分的实验操作部分, 得分在46分以下的占了62.5%,

最高得分为51，最低仅28。在22分的实验结果部分，最高得分为19，最低得分为7，其中得分 ≥ 19 分的占31.25%。在14分的综合素质部分，得分 ≥ 12 的占到了37.5%，最低也得10分，算是比较理想。相比于操作考试各部分，得分最差的是另外12分的思考题，其中得分 ≤ 6 分的都占到了81.25%，最高分也就8分，最低分才1分。综合上述各部分，操作考试的总分最高为89，最低为58。操作考试总分小于60分的有2位，占12.5%；在60–69之间的有1位，占6.25%；70–79之间的有8位，占50%；80–89之间的有5位，占31.25%。总分在80以下的比例高达68.75%。

表2 操作考试各部分得分分布情况(共88分)

考查分类	得分	人数	所占比例/%
实验操作 (52分)	≥ 50	2	12.50
	48–50	4	25.00
	40–46	6	37.50
	< 40	4	25.00
实验结果 (22分)	≥ 19	5	31.25
	14–17	8	50.00
	12–13	1	6.25
	< 9	2	12.50
综合素质 (14分)	13	3	18.75
	12	3	18.75
	11	7	43.75
	10	3	18.75

分析总结以上得分情况可以得到两个结论：第一，参赛选手的实验规范化操作有待加强；第二，参赛选手掌握并运用理论知识进行独立分析问题和解决问题的能力更是迫切需提高。这里面的原因可能主要有以下几点：(1) 基于各高校客观实际条件，实验通常是大批授课，有限的指导教师很难及时看到并纠正学生的错误操作；(2) 部分地方高校大学扩招后有机化学实验课无法做到单人单套，学生无法独立做实验，而是几人一组做有机化学实验，无法得到真正的实验训练；(3) 实验课时偏少，学生受到的训练不够；(4) 学生平时没有很好地理解和掌握相关理论知识，因此具体实验时习惯于照方抓药，看着书本或预习报告按部就班做实验。实验过程中不善于思考甚至不会思考，极少甚至根本没有考虑每一步实验为什么要这么做，因此遇到实际问题时，独立分析问题解决问题的能力显得比较欠缺。

6 结 语

福建省首届大学生化学实验邀请赛已经圆满结束并告一段落。通过对这次赛事中有机实验项目情况的考查，我们发现福建省普通高校学生与厦门大学学生之间的差距相当大，不管是在基础理论知识的掌握方面还是在实验操作方面。厦门大学学生不仅相关理论知识扎实，实验操作也非常规范，整个实验过程从容不迫，有条不紊，搭建的装置整齐美观。这主要原因是：福建省普通高校由于各种原因，理论课时比较少，许多本该掌握的基础知识都无法安排在平常的理论教学中，更谈不上深入地学习掌握所学章节的内容；实验课时也比较少，学生得不到足够的训练；另外，教学方法和学生学习方法可能也有待改进和提高。有机化学合成实验主要包括合成反应、分离纯化和产物表征三个部分。要做好合成和分离纯化实验，必须知道有机反应的机理，想到主反应和可能的副反应，了解反应物、产物及可能的副产物的理化性质，并熟悉常用分离纯化手段以及常用有机物表征手段的原理和方法，这样才能知道在合成反应阶段如何有效地控制反应条件，反应结束后如何合理选择分离纯化手段并设计

分离纯化的流程, 尽可能得到高产率、高纯度的产品。最后再选择适当的表征手段对产物进行表征, 分析表征的结果, 最终得到产物结构, 纯度, 含量等重要信息。因此, 要做好有机合成实验, 不仅需要操作规范熟练, 还要具备扎实的有机化学基础知识, 这样实验过程做到知其然并知其所以然, 遇到问题才懂得分析并想出解决问题的办法。从厦门大学学生的表现可以推测教师对学生掌握基础知识和基本技能以及创新能力的培养是比较有效的。因此, 对于普通高校, 我们可能应该和厦门大学相关专业教师多沟通学习, 以期有效提高专业基础理论和实验的教学水平。总之, 通过这次赛事各高校看到差距, 发现了问题, 未来如果能够积极采取措施解决问题, 这必然会对提高福建省整体的有机化学理论及实验教学水平具有积极的推动作用。

参 考 文 献

- [1] 游 毅, 郑 欧, 邱 羽, 郑叶鸿, 赵剑曦, 韩国彬. 物理化学学报, **2001**, 17 (1), 74.
- [2] 兰州大学. 有机化学实验. 第3版. 王清廉, 李 瀛, 高 坤, 许鹏飞, 曹小平, 修订. 北京: 高等教育出版社, 2010.
- [3] 张玉荣, 魏巧华, 汤 傲, 袁耀锋. 大学化学, **2017**, 32 (5), 89.
- [4] 赵 斌, 章文为, 张剑荣. 大学化学, **2016**, 31 (11), 111.
- [5] 强根荣, 赵华绒. 大学化学, **2015**, 30 (6), 17.

欢迎订阅《物理化学学报》

2018年全国报刊杂志征订工作已经开始, 敬请向贵单位推荐订阅2018年《物理化学学报》。

《物理化学学报》是由中国科学技术协会主管, 中国化学会和北京大学共同主办, 北京大学化学与分子工程学院学报编辑部编辑出版的学术刊物。设有“亮点”“通讯”“展望”“专论”“综述”“论文”等栏目, 报导物理化学学科及交叉学科的基础研究及应用研究的创新成果。

中国科学院院士唐有祺先生担任名誉主编, 中国科学院院士刘忠范先生担任主编; 编委会中有12位两院院士, 2位美国科学院院士, 1位加拿大科学院院士, 10位海外学者。2004年, 获得国内期刊界最高奖——第三届全国期刊奖百种重点期刊奖; 2015年入选国家新闻出版广电总局“百强报刊”。中国科协精品科技期刊工程项目资助出版。读者普遍认为《物理化学学报》具有极高的学术价值和收藏价值。

《物理化学学报》已被美国《科学引文索引》(SCI)网络版、美国《化学文献》(CA)、日本《科技文献速报》、俄罗斯《文献杂志》(AJ)、中国科协和国家自然科学基金委主办的《中国学术期刊文摘》、中国科学技术部万方数据网络中心的《中国科技论文与引文数据库》(CSTPCD)、中国科学院文献情报中心的《中国科学引文数据库》、中国生物学文献数据中心的《中国生物文摘》等国内外多种著名检索刊物和文献数据库摘引和收录。

《物理化学学报》现为月刊, 大16开本, 亚光铜版纸印刷。2018年定价50.00元/册, 全年定价600.00元。国内邮发代号82-163, 欢迎国内读者到当地邮局订阅, 国外读者可通过中国国际图书贸易总公司订阅(Code No 1443-MO)。若通过邮局订阅有困难或错过订阅, 请直接与编辑部联系。欢迎广大科技工作者、科研单位、高等院校、图书馆订阅。

地址: 北京大学化学学院《物理化学学报》编辑部

邮编: 100871

电话: 010-62751724

邮箱: whxb@pku.edu.cn

网址: <http://www.whxb.pku.edu.cn>

《物理化学学报》编辑部